

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2004 年 4 月 1 日 (01.04.2004)

PCT

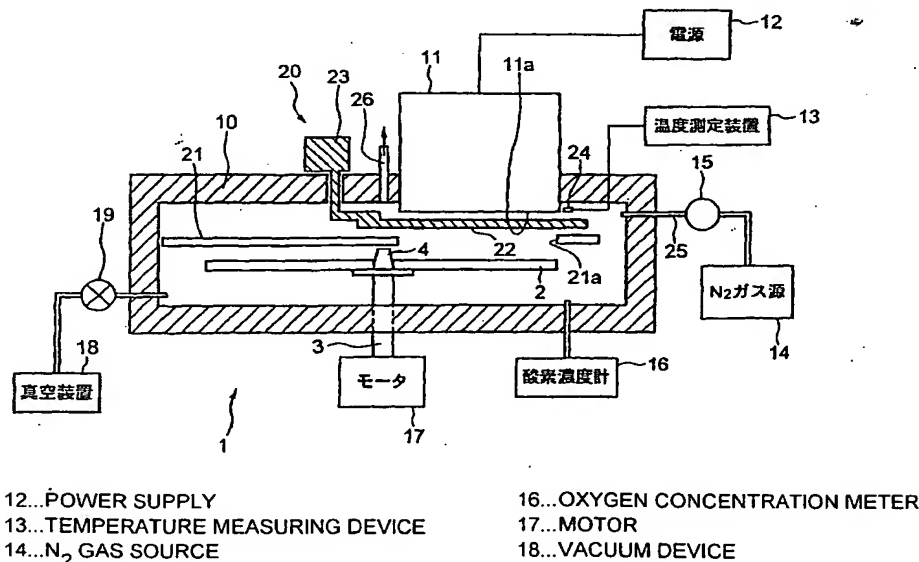
(10) 国際公開番号
WO 2004/027772 A1

- (51) 国際特許分類⁷: G11B 7/26 (72) 発明者; および
(21) 国際出願番号: PCT/JP2003/011816 (75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 米山 健司
(22) 国際出願日: 2003 年 9 月 17 日 (17.09.2003) (YONEYAMA, Kenji) [JP/JP]; 〒103-8272 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社内 Tokyo
(25) 国際出願の言語: 日本語 (JP). 田中 和志 (TANAKA, Kazushi) [JP/JP]; 〒103-8272
(26) 国際公開の言語: 日本語 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP). 林田 直樹 (HAYASHIDA, Naoki)
(30) 優先権データ: 特願2002-274123 2002 年 9 月 19 日 (19.09.2002) JP [JP/JP]; 〒103-8272 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP). 宇佐美 守
(71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): TDK 株式会社 (TDK CORPORATION) [JP/JP]; 〒103-8272 (USAMI, Mamoru) [JP/JP]; 〒103-8272 東京都中央区日本橋一丁目13番1号 TDK株式会社内 Tokyo (JP).
(74) 代理人: 田村 敬二郎, 外 (TAMURA, Keijiro et al.); 〒160-0023 東京都新宿区西新宿七丁目4番3号 升本ビル 8 階 Tokyo (JP).

[続葉有]

(54) Title: PRODUCTION METHOD FOR DISK-LIKE RECORDING MEDIUM

(54) 発明の名称: ディスク状記録媒体の製造方法



(57) Abstract: A production method for a disk-like recording medium capable of producing it by using an electron beam for the purpose of easily curing a resin layer of a resin material that is difficult to be cured with ultraviolet radiation, without affecting a recording layer even when irradiated with an electron beam. The production method for a disk-like recording medium produces a disk-like recording medium having a layer mainly containing resin on a recording layer provided on a disk-like substrate, wherein an electron beam having an acceleration voltage of at least 20 and up to 100 kV is applied to a layer mainly containing resin to cure the surface of a layer mainly containing at least resin.

(57) 要約: 紫外線照射では硬化が困難である樹脂材料による樹脂層を容易に硬化するために電子線を用い、電子線照射をしても記録層には影響を及ぼさずに歩留まりよく製造できるディスク状記録媒体の製造方法である。ディスク状記録媒体の製造方法は、ディスク状基

[続葉有]



(81) 指定国 (国内): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (広域): ARIPO 特許 (GH, GM, KE, LS, MW, MZ, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア特許 (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ特許 (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB,

GR, HU, IE, IT, LU, MC, NL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI 特許 (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

- 国際調査報告書
- 請求の範囲の補正の期限前の公開であり、補正書受領の際には再公開される。

2文字コード及び他の略語については、定期発行される各PCTガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

明細書

ディスク状記録媒体の製造方法

5 技術分野

本発明は、光ディスク等のディスク状記録媒体の製造方法に関する。

背景技術

10 従来、光情報記録媒体としてCD（コンパクトディスク）やDVD（デジタルバーサタイルディスク）等の光ディスクが実用化されているが、最近、発振波長が400nm程度の青紫色半導体レーザの開発が進んでおり、かかる青紫色半導体レーザを用いてDVDよりも高密度記録の可能な高密度DVD等の次世代の高密度光ディスクの開発が行われている。

15 かかる次世代の高密度光ディスクの現在考えられている層構成の一例として、ポリカーボネート等の樹脂材料からなる基材の上に、情報記録のための記録層と、記録・再生のためのレーザ光が記録層に入射するように透過する光透過層と、光ピックアップ側の部材との接触を考慮した潤滑層とを積層した高密度光ディスクが考えられる。

20 これらの光透過層及び潤滑層は、それらの形成時に硬化のために塗布後に紫外線が照射されるが、特に潤滑層をラジカル重合性二重結合を有するシリコン化合物及びフッ素化合物等の材料から数十nmの厚みに形成する場合に、酸素の存在によるラジカル反応阻害により紫外線照射では硬化が困難となる。また、反応開始剤を添加すると潤滑層としての特性が劣る場合があり、このような場合、反応開始剤を添加しないと、やはり紫外線照射では硬化が困難であり、
25 十分な品質の潤滑層をその下の光透過層と密着性よく形成することができない。
(特開平4-019839号公報、特開平11-162015号公報参照)

発明の開示

本発明は、上述のような従来技術の問題に鑑み、紫外線照射では硬化が困難である材料からなる表面層及び／又はその下の光透過層等の樹脂層の少なくとも一部を容易に硬化するために電子線を用いることを提案するが、この場合、電子線のエネルギーが大きくなると、樹脂層の下に存在する記録層に悪影響を及ぼすことが考えられるので、紫外線では硬化し難い材料の表面層をも容易に硬化できかつ電子線照射をしても記録層には影響を及ぼさずに歩留まりよく製造できるディスク状記録媒体の製造方法を提供することを目的とする。

上記目的を達成するために、本発明によるディスク状記録媒体の製造方法は、ディスク状基板上に設けられた記録層の上に樹脂を主成分とする層を有するディスク状記録媒体を製造する方法であって、加速電圧が20以上100kV以下の電子線を前記樹脂を主成分とする層に照射することにより少なくとも前記樹脂を主成分とする層の表面を硬化することを特徴とする。

このディスク状記録媒体の製造方法によれば、樹脂を主成分とする層に紫外線よりも大きなエネルギーを有する電子線を照射するので、紫外線照射では硬化が困難である樹脂を主成分とする層でも容易に硬化できるとともに、電子線の加速電圧が100kV以下であるので、硬化対象の樹脂を主成分とする層の下方にある記録層には悪影響を及ぼさない。従って、紫外線照射では硬化が困難な樹脂を主成分とする層（以下、単に「樹脂層」と記す場合がある。）をも効率よく硬化できるので生産性が向上し、かつ記録層には悪影響がないので歩留まりよくディスク状記録媒体を製造できる。

なお、光透過層は主成分として樹脂が用いられ、本発明における樹脂層に相当する。また、潤滑層は本発明における表面層の定義に含まれる一形態である。

また、前記樹脂を主成分とする層の上に形成された表面層を硬化するようにもできる。即ち、表面層の下に樹脂を主成分とする層が未硬化で形成されてい

た場合に、この樹脂を主成分とする層の一部をも電子線照射で同時に硬化できるので、両層間の密着性が向上する。

5 なお、表面層は、樹脂を主成分とする層と異なる材料、例えば潤滑層形成材料や撥水性、撥油性の材料から形成されていてもよく、また、単数層でも複数層でもよい。また、樹脂を主成分とする層は複数の層から形成されていてもよく、例えば樹脂を主成分とする層の表面側にハードコート層を設けてもよく、これらを合わせて樹脂を主成分とする層とする。

10 また、前記表面層が潤滑層であることが好ましく、潤滑層が紫外線照射では硬化が困難である材料からなる場合でも、電子線照射により容易に硬化できる。

10 また、前記ディスク状基板を回転しながら前記電子線を照射することで、樹脂を主成分とする層や表面層に均一かつ効率的に電子線を照射できる。

15 また、前記ディスク状基板を電子線遮蔽容器内に回転可能に收容し、前記遮蔽容器内に不活性ガスを導入することで容器内を不活性ガス雰囲気置換することが好ましい。また、前記遮蔽容器内を減圧してから不活性ガスを導入してもよい。これにより容器内を簡単かつ効率的に不活性ガスの雰囲気にできる。

20 また、前記遮蔽容器内の酸素濃度を測定しながら前記不活性ガスを導入することが好ましく、また、前記不活性ガスをガス導入口からガス排出口に向けて、電子線を照射する電子線照射部の照射窓の近傍を通して流すことにより前記照射窓の近傍を冷却することが好ましい。なお、照射窓の近傍に設けた温度センサによる測定温度に基づいて前記不活性ガスの流量を調整することで冷却温度を制御することが好ましい。

25 また、前記樹脂を主成分とする層及び表面層の厚さを考慮し、前記加速電圧を設定することが好ましく、記録層に電子線が到達せずに悪影響を与えない加速電圧を選択し設定する。なお、電子線を照射する電子線照射部の照射窓と樹脂層の表面との距離は10乃至30mmが好ましい。

図面の簡単な説明

図 1 は本実施の形態によるディスク状記録媒体の製造方法に用いることのできる電子線照射装置を概略的に示す側断面図である。

図 2 は本実施例で作製した光記録ディスクの概略的な側断面図である。

5

発明を実施するための最良の形態

以下、本発明による実施の形態によるディスク状記録媒体の製造方法に用いることのできる電子線照射装置について図 1 を参照して説明する。図 1 はかかる電子線照射装置を概略的に示す側面図である。

- 10 図 1 に示すように、電子線照射装置 1 は、ディスク状記録媒体 2 を回転可能に収容し電子線を遮蔽するためにステンレス鋼から構成された遮蔽容器 10 と、ディスク状記録媒体 2 の中心孔に係合部 4 に係合することで保持したディスク状記録媒体 2 を回転軸 3 を介して回転駆動するモータ 17 と、ディスク状記録媒体 2 に対し半径方向に低加速電圧の電子線を照射面 11 a から照射する電子線照射部 11 と、電子線照射部 11 に電圧を印加し電流を流すための電源 12
- 15 と、照射面 11 a の近傍に配置された温度センサ 24 と、温度センサ 24 と接続されて照射面 11 a の近傍の温度を測定する温度測定装置 13 と、を備える。

- また、電子線照射装置 1 は、遮蔽容器 10 内の密閉空間の酸素濃度を測定する酸素濃度計 16 と、遮蔽容器 10 内を窒素ガス雰囲気置換するために窒素
- 20 ガスを供給する窒素ガス源 14 と、窒素ガス源 14 から窒素ガスがガス導入口 25 から導入され照射面 11 a の近傍を通りガス排出口 26 から排出するように流れるときのガス流量を制御可能なガス流量制御バルブ 15 と、を備える。
- また、遮蔽容器 10 内をバルブ 19 を介して排気し減圧する真空装置 18 が設けられる場合がある。

- 25 電子線照射装置 1 は、更に、ディスク状記録媒体 2 よりも直径が大きくディスク状記録媒体 2 と電子線照射部 11 の照射面 11 a との間に配置された開口

付き円板 21 と、円板 21 と照射面 11a との間に配置されたシャッタ部材 22 とシャッタ部材 22 とを駆動するスライダ 23 とを有するシャッタ駆動機構 20 と、を備える。

5 また、シャッタ部材 22 は、スライダ 23 により駆動され、円板 21 の開口 21a を開閉し、閉位置で電子線照射部 11 からの電子線を遮り、開位置で電子線を通過させ、ディスク状記録媒体 2 の半径方向領域に電子線が照射される。

また、電子線照射部 11 は、円柱状の電子線照射管を備え、電子線照射管には電源 12 から電圧が印加され、その加速電圧が 20 以上 100 kV である電子線が照射面 11a からディスク状記録媒体 2 の半径方向領域に照射される。

10 以上のような図 1 の電子線照射装置 1 の動作を説明する。まず、未硬化の樹脂を主成分とする層が表面に形成されたディスク状記録媒体 2 の中心孔に係合部 4 を係合させることで保持し、遮蔽容器 10 を密閉する。次に、必要に応じて設けられている場合には真空装置 18 が作動し遮蔽容器 10 内を減圧してから、窒素ガスを窒素ガス源 14 からガス流量制御バルブ 15 を介して遮蔽容器
15 10 内に導入する。これにより、遮蔽容器 10 内を窒素雰囲気容易に置換することができる。

そして、酸素濃度計 16 で遮蔽容器 10 内が所定の酸素濃度まで低下したことを検知し、モータ 17 を駆動することでディスク状記録媒体 2 を所定の回転速度で回転させる一方、電源 12 から電子線照射部 11 に電圧を印加し、電子
20 線を発生させる。次に、閉位置にあるシャッタ部材 22 をシャッタ駆動機構 20 を作動しスライダ 23 を駆動することで開位置にすることで、電子線を回転しているディスク状記録媒体 2 の半径方向領域の表面に照射する。

このように回転しているディスク状記録媒体 2 の半径方向に電子線を照射するので、ディスク状記録媒体 2 の被照射面の全面に照射できる。そして、ディスク状記録媒体 2 に電子線を所定時間だけ照射してから、同様にシャッタ駆動
25 機構 20 を作動しシャッタ部材 22 を閉位置にすることで、そのディスク状記

録媒体 2 に対する電子線照射を終了する。

また、上述の電子線照射部 1 1 から電子線が発生している間、窒素ガス源 1 4 からの窒素ガスがガス導入口 2 5 から照射面 1 1 a の近傍を通りガス排出口 2 6 へと流れるようにすることで、電子線発生時に温度上昇する照射面 1 1 a
5 を冷却でき、またシャッタ部材 2 2 も冷却できる。また、照射面 1 1 a 近傍の温度を温度センサ 2 4 と温度測定装置 1 3 とで測定し、その測定温度に基づいて窒素ガスの流量をガス流量制御バルブ 1 5 で制御する。これにより、照射面 1 1 a 近傍の温度を一定温度以下に制御できる。

10 以上のように、図 1 の電子線照射装置により、回転中のディスク状記録媒体 2 の表面に対し電子線を照射するので、ディスク状記録媒体 2 の表面に紫外線よりも大きなエネルギーを有する電子線を効率よく照射することができる。このため、紫外線照射では硬化が困難である樹脂を主成分とする層をも容易に硬化できる。

また、加速電圧が 1 0 0 k V 以下の電子線を照射するので、ディスク状記録
15 媒体 2 の表面から薄い範囲内の樹脂を主成分とする層に効率よく電子線エネルギーを与え、その下方に存在する記録層に電子線による影響を与えず、ディスク状媒体の歩留まりが向上する。また、加速電圧が 2 0 k V 未満では電子線がディスク状媒体の表面に到達するのが困難になる。

例えば、電子線照射装置 1 の電子線照射部 1 1 を構成する低加速電圧の電子
20 線照射のための電子線照射管は、ウシオ電機（株）から市販されており、例えば、加速電圧 5 0 K V、管電流 0. 6 mA / 本の条件で樹脂層を瞬時に効率的に硬化させることができる。

なお、電子線照射管の照射窓を構成する窓材としては厚さ 3 μ m 程度のシリ
コン薄膜が好ましく、従来の照射窓では取り出すことのできない 1 0 0 k V 以
25 下の低い加速電圧で加速された電子線を取り出すことができる。また、上述の「半径方向」とは、ディスク状媒体の回転中心から放射状に延びる方向及びデ

ィスク状媒体の回転中心から偏心した点からディスク状媒体の外周に延びる方向を意味する。

実施例

- 5 次に、本発明を実施例により更に詳しく説明するが、本発明は、これに限定されるものではない。

以下の手順で、ディスク状記録媒体として図2のような層構成の光記録ディスクのサンプルを作製した。即ち、情報記録のためにグルーブを形成したディスク状支持基体50（ポリカーボネート製、直径120mm、厚さ1.1mm）
10 の表面に、 $Al_{98}Pd_1Cu_1$ （原子比）からなる反射層51をスパッタリング法により形成した。グルーブ記録方式における記録トラック・ピッチは0.32 μm とした。

次いで、反射層51の表面に、 Al_2O_3 からなるターゲットを用いてスパッタリング法により厚さ20nmの第2誘電体層52を形成した。

- 15 次いで、第2誘電体層52の表面に、相変化材料からなる合金ターゲットを用い、スパッタリング法により厚さ12nmの記録層53を形成した。この記録層53の組成（原子比）は、 $Sb_{74}Te_{18}(Ge_7In_1)$ とした。次いで、この記録層53の表面に、 ZnS （80モル%）－ SiO_2 （20モル%）からなるターゲットを用いてスパッタリング法により厚さ130nmの第1誘電体層54を形成した。以上の層51，52，53，54を合わせて以下、記録膜とも記す。
- 20

次いで、第1誘電体層54の表面に、以下の組成の紫外線硬化型樹脂をスピンドコート法により塗布し、紫外線を照射することにより厚さ97 μm の光透過層55を形成した。

- 25 ・ウレタンアクリレートオリゴマー（三菱レーヨン（株）製、ダイヤビームUK6035）・・・50重量部

・イソシアヌル酸E〇変性トリアクリレート(東亜合成(株)製、アロニックス M315)・・・10重量部

・イソシアヌル酸E〇変性ジアクリレート(東亜合成(株)製、アロニックス M215)・・・5重量部

5 ・テトラヒドロフルフリルアクリレート・・・25重量部

・光重合開始剤(1-ヒドロキシシクロヘキシルフェニルケトン)・・・3重量部

更に、光透過層55の上に紫外線／電子線硬化型ハードコート剤(JSR社製、デソライト Z7503)をスピコート法により塗布した後、大気中60℃で
10 3分間加熱することにより被膜内部の希釈溶剤を除去し、厚さ3μmの未硬化のハードコート層56を形成した。

次いで、厚さ数十nmを目標として、パーフルオロポリエーテルジアクリレート(アウジモント社製 Fomblin ZDOL のアクリル変性品、分子量約2000)の0.5%(質量百分率)フロリナートFC-77(住友スリーエム社製)溶液を上記未硬化ハードコート上にスピコート法によって塗布し、これを5
15 0℃で3分間乾燥し、未硬化の表面層57を形成した。

その後、図2のような未硬化の表面層57を形成したディスク状基板を図1のようにして回転させながら、下記の表1に示すように50乃至200kVの範囲で電子線の加速電圧を変えて、窒素気流下、酸素濃度200ppm以下で
20 照射線量10Mradの電子線を照射することにより、ハードコート層56と表面層57とを同時に硬化させ、光記録ディスクのサンプルを得た。

上述のようにして得られた光記録ディスクのサンプルの外観を観察したところ、照射した電子線の加速電圧の大きさによって、記録膜が一部浮き上がったように観察されたものが見られた。表1に結果を示す。

加速電圧(kV)	50	100	120	150	200
記録膜破損(*)	0	0	3	5	5

(*) 5枚中、記録膜破損が観察された枚数

5

表1のように、加速電圧100kVまでは記録膜の破損が起きないのに対して、120kVでは一部のサンプルに記録膜の破損が観察され、150kV以上ではすべてのサンプルに観察された。これは100kVまでは電子線が約100 μ mの樹脂層58（層55、56、57により記録膜上に形成された）を透過せずに記録膜に達しないのに対して、100kVを越える加速電圧では記録膜に達したために、記録膜の破損が起こったものと考えられる。

以上のように本発明を実施の形態及び実施例により説明したが、本発明はこれらに限定されるものではなく、本発明の技術的思想の範囲内で各種の変形が可能である。例えば、本実施の形態による製造方法で製造できるディスク状記録媒体は、各種の光ディスク等の光情報記録媒体であってよいことは勿論である。このため、光情報記録媒体の種類に応じて最外面から記録層までの厚さを考慮し100kV以下の適当な加速電圧を設定することが好ましい。

また、電子線照射装置1の容器内雰囲気置換するガスとしては窒素ガスに限定されず、アルゴンガスやヘリウムガスやCO₂等の不活性ガスであってもよく、また、これらの2種またはそれ以上の混合ガスであってもよい。

産業上の利用可能性

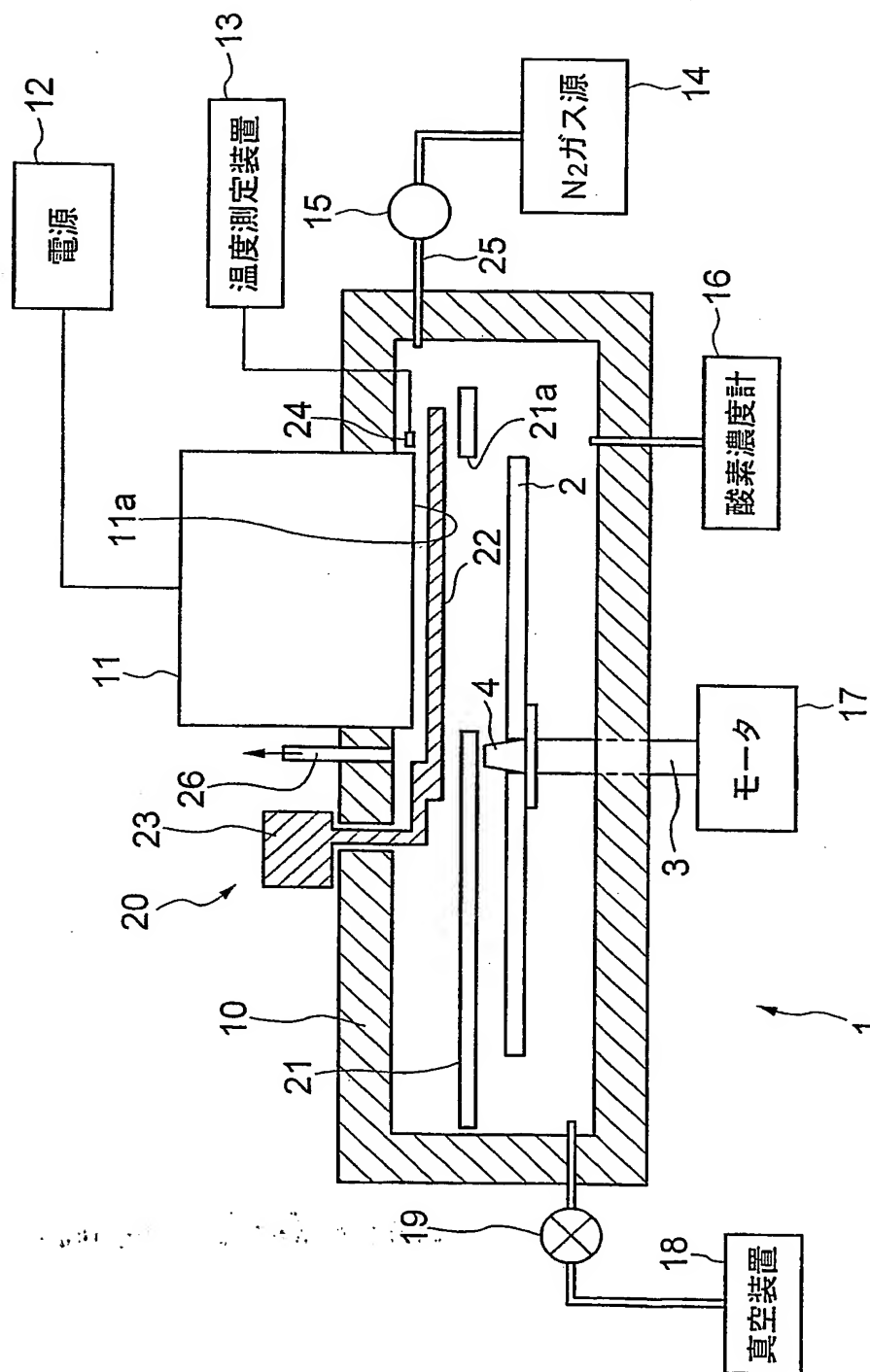
本発明のディスク状記録媒体の製造方法によれば、紫外線照射では硬化が困難である材料からなる表面層及び／又はその下の樹脂層の少なくとも一部を容易に硬化できかつ電子線照射をしても記録層には影響を及ぼさずにディスク状記録媒体を歩留まりよく製造できる。

請求の範囲

1. ディスク状基板上に設けられた記録層の上に樹脂を主成分とする層を有するディスク状記録媒体を製造する方法であって、加速電圧が20以上100kV以下の電子線を前記樹脂を主成分とする層に照射することにより少なくとも前記樹脂を主成分とする層の表面を硬化することを特徴とするディスク状記録媒体の製造方法。
- 5 2. 前記樹脂を主成分とする層の上に形成された表面層を硬化することを特徴とする請求の範囲第1項に記載のディスク状記録媒体の製造方法。
- 10 3. 前記表面層が潤滑層であることを特徴とする請求の範囲第2項に記載のディスク状記録媒体の製造方法。
4. 前記ディスク状基板を回転しながら前記電子線を照射することを特徴とする請求の範囲第1項、第2項または第3項に記載のディスク状記録媒体の製造方法。
- 15 5. 前記ディスク状基板を電子線遮蔽容器内に回転可能に収容し、前記遮蔽容器内に不活性ガスを導入することで不活性ガス雰囲気置換することを特徴とする請求の範囲第1項乃至第4項のいずれか1項に記載のディスク状記録媒体の製造方法。
- 20 6. 前記遮蔽容器内の酸素濃度を測定しながら前記不活性ガスを導入することを特徴とする請求の範囲第5項に記載のディスク状記録媒体の製造方法。
7. 前記不活性ガスをガス導入口からガス排出口に向けて、電子線を照射する電子線照射部の照射窓の近傍を通して流すことにより前記照射窓の近傍を冷却することを特徴とする請求の範囲第5項または第6項に記載のディスク状記録媒体の製造方法。
- 25 8. 前記樹脂を主成分とする層の厚さを考慮し、前記加速電圧を設定することを特徴とする請求の範囲第1項乃至第7項のいずれか1項に記載のディスク状

記録媒体の製造方法。

THIS PAGE BLANK (USPTO)

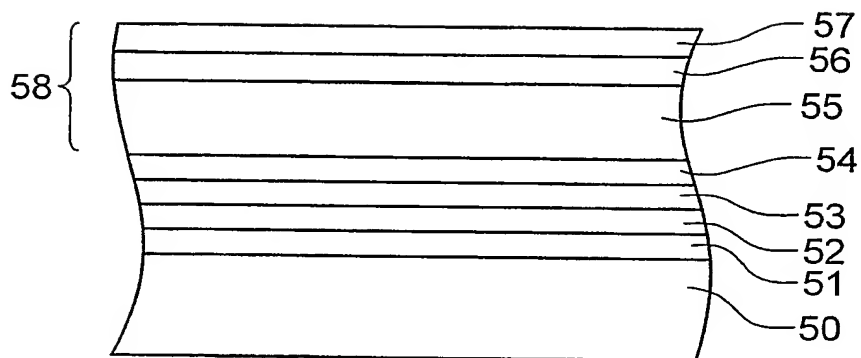


DT15 Rec'd PCT/PTG 17 MAR 2005

THIS PAGE BLANK (USPTO)

2/2

FIG. 2



DT15 Rec'd PCT/PTO 17 MAR 2005

THIS PAGE BLANK (USPTO)

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

☐ BLACK BORDERS

☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

☐ FADED TEXT OR DRAWING

☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

☐ SKEWED/SLANTED IMAGES

☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

☐ GRAY SCALE DOCUMENTS

☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

☐ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.

THIS PAGE BLANK (USPTO)